

ABSTRACT ATTACHED

① 日本国特許庁 (JP)

① 特許出願公開

② 公開特許公報 (A)

昭59—228074

⑤ Int. Cl.³
D 06 M 13/38

識別記号

庁内整理番号
7107—4 L

④ 公開 昭和59年(1984)12月21日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑤ 繊維用柔軟剤組成物

—501

① 特 願 昭58—102487

② 出 願 昭58(1983)6月8日

⑦ 発 明 者 高田満信

各務原市緑苑東1丁目5番地23
—207

⑦ 発 明 者 角田誠

各務原市緑苑北3丁目54

⑦ 発 明 者 横溝修

江南市藤ヶ丘5丁目1番7号89

⑦ 発 明 者 田中朝海

愛知県葉栗郡木曾川町大字黒田
字北宿二の切248の1 ミヨシ油
脂株式会社木曾川寮

⑦ 発 明 者 荻原昭治

江南市藤ヶ丘6丁目1番4号

① 出 願 人 ミヨシ油脂株式会社

東京都葛飾区堀切4丁目66番1
号

明 細 書

発明の名称 繊維用柔軟剤組成物

特許請求の範囲

1. 下記一般式 (A)、(B)、(C)

 $R_1 \text{COOH} \dots\dots\dots (A)$ $H_2N(CH_2)_l NH(CH_2)_m OH \dots\dots\dots (B)$ $[CH_2(CH_2)_n]_2 SO_4 \dots\dots\dots (C)$

(ただし、式中の R_1 は炭素数 13～21 のアルキル基、又はアルケニル基を、 l は 2 か 3、 m は 1～3 の整数を、 n は 0 または 1 を示す。) で示される化合物のうち、まず (A) と (B) を (A) : (B) = 1.0 : 0.77～1.5 のモル比にて反応させ、得られた反応生成物に、一般式 (C) で示される化合物を反応させて得られる水溶性の高い化合物を主成分として用いることを特徴とする繊維用柔軟剤組成物。

2. 上記一般式 (A) で示される化合物として、オレイン酸を用いる特許請求の範囲第 1 項記載の繊維用柔軟剤組成物。

3. 上記一般式 (A) で示される化合物として、ステ

アリン酸又はベヘン酸を用いる特許請求の範囲第 1 項記載の繊維用柔軟剤組成物。

発明の詳細な説明

本発明は繊維用柔軟剤組成物に関するものであり、さらに詳しくは、水溶性又は、水に対する分散性の高い、柔軟性、吸水性能のすぐれた柔軟剤組成物に関するものである。

従来、繊維用柔軟剤には多くの化合物が用いられており、脂肪酸アミド、脂肪酸アルキロールアミド、脂肪酸ポリアミド及びこれらの四級化物、等があり、さらに脂肪酸アミドエチルアミン、脂肪酸アミドエチルヒドロキシアミン及びこれらの尿素縮合物、エピクロルヒドリン付加物、無水酢酸付加物、さらに脂肪酸アミドエチルアミン (β -ヒドロキシアルキル) アミン、脂肪酸アミドエチルヒドロキシエチル (β -ヒドロキシアルキル) アミン等がある。またイミダゾリン環を有する化合物として脂肪酸アミド・イミダゾリウムアンモニウム塩等がある。このように柔軟剤組成物として多くの化合物が用いられているが、これらはいずれも、

水に対する親水性又は分散性を良くするために、四級化、中和、塩型化、アルキレンオキシドの導入等の処置が行われている。しかしいずれも水溶性にはならず乳化分散している程度の親水性に止っている。それでも乳化分散性の悪いものは、乳化分散性の向上のために、親水性乳化剤を補助剤として用いている。

又、水溶性を持った組成物を用いた柔軟剤組成物の報告もあり、又販売されている例もあるが、これらはいずれも、柔軟性と共に洗浄性や乳化性を付与したものであり、柔軟剤としての性能は十分ではない。また、多くの柔軟剤組成物の柔軟性を繊維に付与する成分は水難溶性であり、水に分散又はほとんど水に分散しないものが大部分である。従って、製品として、水に対する乳化分散の安定性に常に気を付けねばならない。

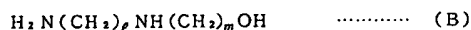
又、イミダゾリン環を有する化合物を繊維用柔軟剤組成物として使用する例もあるが、それらは水に対する分散性も極めて悪く、上に述べたと同様の処理を行うか、又は乳化分散剤の使用が必要で

あり、従来のものと同様の欠点を有している。

このような点を改良するには、柔軟性付与成分そのものが水溶性であれば、問題を解決し得る。

これらの問題点に着目して、検討した結果、次のような化合物を用いることにより、水溶性にして、乳化分散の安定性を気にすることなく、且つ、従来の水溶性の柔軟性成分の持っている柔軟性能の低い点を改良した柔軟性組成物を得ることに成功した。ここに用いる柔軟剤組成物は、次のものである。

一般式 (A)、(B)、(C)



(ただし、式中の R_1 は炭素数 13～21 のアルキル基、又はアルケニル基を、 ℓ は 2 か 3、 m は 1～3 の整数を、 n は 0 または 1 を示す。) で示される化合物のうち、まず (A) と (B) を (A) : (B) = 1.0 : 0.77～1.5 のモル比にて反応させて得られる。

反応生成物に、一般式 (C) の化合物を反応させて得られる化合物を主成分として用いる水溶性の高

い繊維用柔軟剤組成物である。

(A) と (B) の比率 (モル比) は (A) : (B) = 1.0 : 1.0、ないし 1.0 : 1.5 のモル比で反応して得られる化合物に (C) を反応させたものは水溶性が^が高^くが、(A) : (B) = 1 : 0.77 のモル比で (A) に長鎖の飽和脂肪酸を用いて得られる化合物に (C) を反応させたものの水溶液は若干にどっているが、実用的に十分使用し得るものである。

ここに用いる一般式 (A) で示される脂肪酸には炭素数 13～21 のアルキル基、又はアルケニル基を持った脂肪酸が用いられるが、その例としては、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、ベヘン酸等が挙げられる。また一般式 (B) で示されるジアミンとしてはアミノエチルエタノールアミン、アミノプロピルプロパノールアミン、アミノエチルメタノールアミン、アミノエチルプロパノールアミン等が挙げられる。また一般式 (C) で示されるジアルキル硫酸には、ジメチル硫酸、ジエチル硫酸が用いられる。

本願に用いる化合物は次のような方法で製造さ

れる。反応器、例えばフラスコ等に、一般式 (A) の脂肪酸と一般式 (B) のアミンを入れ、窒素ガス気流下で、140～220℃ で 3～15 時間反応を行い、生成水を除去する。

次に 40～60℃ で冷却したのち、一般式 (C) のジアルキル硫酸を 40～60℃ で滴下しながら、1～2 時間反応させる。反応生成物を、70～80℃ の温水に攪拌しながら加えて行き、規定濃度になるように調整し、本願の繊維用柔軟剤組成物を得る。

これを希釈して繊維を処理するのであるが、水に対する溶解性が高いことにより、長期間の製品安定性は良好であり、従って、これ以上に乳化分散性を向上させるべく処置の必要がないと同時に、乳化分散剤を使用する必要性がなく、製造工程も簡略化出来るメリットがある。

又、本願の組成物の水溶液を用いて処理した繊維の柔軟性は、極めて良好であり、少くとも従来の柔軟剤組成物と同等の性能を有している。また、本願の組成物に用いる反応生成物は単独で水に溶解して用いることが出来るが、繊維処理剤のコンポネン

でも使用出来る。繊維工業用の柔軟仕上剤、帯電防止剤さらに吸水剤として、又、家庭用のソフターまたは洗浄剤との併用等の用途にも適用出来る。

以下に本願を実施例により説明する。

〔実施例 1〕

温度計、攪拌機、窒素ガス導入管を取付けた 5 ℓ 四ツ口フラスコに、ステアリン酸 2560 g (9 モル)、アミノエチルエタノールアミン 936 g (9 モル) を入れ窒素ガスを吹込みながら 140 ℃ から 220 ℃ まで 4 時間を要して昇温後、220 ℃ で 3 時間反応し生成水を留出させたのち 60 ℃ まで冷却して、ジエチル硫酸 1388 g を温度 60～70 ℃ で 1 時間を要して滴下し、さらに 30 分間攪拌を継続して反応を終了した。

攪拌機を取付けた 3 ℓ のビーカーに 70～80 ℃ の温水 2850 g を入れて、それに上で得られた反応生成物 150 g を加えて 70～80 ℃ で 30 分間攪拌したのちただちに室温まで冷却した。

この水溶液は、室温で透明であった。

て昇温後、220 ℃ で 3 時間反応し生成水を留出させたのち 40 ℃ まで冷却し、ジエチル硫酸 386 g を温度 40～50 ℃ で 1 時間を要して滴下し同温度でさらに 30 分間攪拌を継続し、反応を終了した。

攪拌機を取付けた 3 ℓ のビーカーに 70～80 ℃ の温水 2895 g を入れ、それに上で得られた反応生成物 105 g を加え、同温度で 30 分間攪拌したのちただちに室温まで冷却した。

この水溶液は、室温で不透明であった。

〔実施例 3〕

温度計、攪拌機、窒素ガス導入管を取付けた 5 ℓ 四ツ口フラスコに、オレイン酸 1836 g (6.5 モル)、アミノエチルエタノールアミン 1520 g (5 モル) を入れ窒素ガスを吹込みながら 140 ℃ から 220 ℃ まで 4 時間を要して昇温後、220 ℃ で 3 時間反応し生成水を留出させたのち 40 ℃ まで冷却し、ジエチル硫酸 540 g を温度 40～50 ℃ で 1 時間を要して滴下し、同温度でさらに 30 分間攪拌を継続し、反応を終了した。

攪拌機を取付けた 3 ℓ のビーカーに 70～80 ℃ の温

〔実施例 2〕

温度計、攪拌機、窒素ガス導入管を取付けた 5 ℓ 四ツ口フラスコに、オレイン酸 1977 g (7 モル)、アミノエチルプロパノールアミン 826 g (7 モル) を入れ窒素ガスを吹込みながら 140 ℃ から 220 ℃ まで 4 時間を要して昇温後、220 ℃ で 3 時間反応し生成水を留出させたのち 40 ℃ まで冷却し、ジメチル硫酸 883 g を温度 40～50 ℃ で 1 時間を要して滴下し、さらに 30 分間攪拌を継続して反応を終了した。

攪拌機を取付けた 3 ℓ のビーカーに 70～80 ℃ の温水 2820 g を入れ、それに上で得られた反応生成物 180 g を加え、同温度で 30 分間攪拌したのちただちに室温まで冷却した。

この水溶液は、室温で透明であった。

〔比較例 1〕

温度計、攪拌機、窒素ガス導入管を取付けた 5 ℓ 四ツ口フラスコに、オレイン酸 1977 g (7 モル)、アミノエチルエタノールアミン 520 g (5 モル) を入れ窒素ガスを吹込みながら 140 ℃ から 220 ℃ まで 4 時間を要し

水 2850 g を入れ、それに上で得られた反応生成物 150 g を加え、同温度で 30 分間攪拌したのちただちに室温まで冷却した。

この水溶液は、室温で透明であった。

〔実施例 4〕

温度計、攪拌機、窒素ガス導入管を取付けた 5 ℓ 四ツ口フラスコに、オレイン酸 1977 g (7 モル)、アミノエチルエタノールアミン 1092 g (10.5 モル) を入れ N_2 ガスを吹込みながら 140 ℃ から 220 ℃ まで 4 時間を要して昇温後、同温度で 6 時間反応し生成水を留出させたのち 40 ℃ まで冷却してからジエチル硫酸、2005 g を温度 40～50 ℃ で 1 時間を要して滴下したのち同温度でさらに 30 分間反応を継続し、反応を終了した。

攪拌機を取付けた 3 ℓ のビーカーに 70～80 ℃ の温水 2880 g を入れたのち、上述の合成物 120 g を加えてから同温度で 30 分間攪拌したのちただちに室温まで冷却した。

この水溶液は、室温で透明であった。

〔比較例2〕

温度計、攪拌機、窒素ガス導入管を取付けた5ℓ四ツ口フラスコに、オレイン酸1977g(7モル)、アミノエチルエタノールアミン1238g(11.9モル)を入れ窒素ガスを吹込みながら140℃から220℃まで4時間を要して昇温後、220℃で9時間反応し生成水を留出させたのち40℃まで冷却し、ジエチル硫酸2436gを温度40～60℃で1時間を要して滴下したのち同温度でさらに30分間攪拌を継続して反応を終了した。

攪拌機を取付けた3ℓのビーカーに70～80℃の温水2880g入れ、それに上で得られた反応生成物120gを加え、同温度で30分間攪拌したのちただちに室温まで冷却した。

この水溶液は、室温で透明であった。

〔実施例5〕

温度計、攪拌機、窒素ガス導入管を取付けた5ℓ四ツ口フラスコに、ベヘン酸(中和価166.3、ベヘン酸含量86.2%)1687g(5モル)、アミノエチルエタノールアミン520g(5モル)を入れ窒素ガスを吹込

間攪拌を継続して反応を終了した。

攪拌機を取付けた3ℓのビーカーに70～80℃の温水2850gを入れて、それに上で得られた反応生成物150gを加えて70～80℃で30分間攪拌したのちただちに室温まで冷却した。

この水溶液は室温で若干にどっていた。

〔実施例7〕

温度計、攪拌機、窒素ガス導入管を取付けた5ℓ四ツ口フラスコに、牛脂硬化油脂脂肪酸(中和価204.0、上昇融点61.2℃)2475g(9モル)、アミノエチルエタノールアミン936g(9モル)を入れ窒素ガスを吹込みながら140℃から220℃まで4時間を要して昇温後、220℃で3時間反応し生成水を留出させたのち60℃まで冷却してジエチル硫酸1388gを温度60～70℃で1時間を要して滴下しさらに30分間攪拌を継続して反応を終了した。

攪拌機を取付けた3ℓのビーカーに70～80℃の温水2850gを入れて、それに上で得られた反応生成物150gを加えて70～80℃で30分間攪拌した

みながら140℃から220℃まで4時間を要して昇温後、220～230℃で3時間反応し生成水を留出させたのち80℃まで冷却してジエチル硫酸771gを温度80～90℃で1時間を要して滴下し、さらに30分間攪拌を継続して反応を終了した。

攪拌機を取付けた3ℓのビーカーに70～80℃の温水2850gを入れて、それに上で得られた反応生成物150gを加えて70～80℃で30分間攪拌したのちただちに室温まで冷却した。

この水溶液は、室温で透明であった。

〔実施例6〕

温度計、攪拌機、窒素ガス導入管を取付けた5ℓ四ツ口フラスコに、ベヘン酸(中和価166.3、ベヘン酸含量86.2%)2193g(6.5モル)、アミノエチルエタノールアミン520g(5モル)を入れ窒素ガスを吹込みながら140℃から220℃まで4時間を要して昇温後、220～230℃で3時間反応し生成水を留出させたのち80℃まで冷却してジエチル硫酸540gを温度80～90℃で1時間を要して滴下しさらに30分

のちただちに室温まで冷却した。

この水溶液は室温で透明であった。

〔実施例8〕

木綿タオル、綿メリヤス布、アクリルメリヤス布を以下のような条件で処理して柔軟性を測定した。ただし布は、前もってポリオキシエチレン(9モル)ノニールフェノールエーテル0.05%OWSソーダ灰0.1%OWS浴比30:1で15分間洗浄したのち流水で6時間以上すすぎ風乾して使用した。

処理条件

濃度: 0.067% (組成物) OWS

浴比: 30/1

水温: 25℃

水: 水道水(硬度30ppm、CaCO₃換算)

浸漬: 3分間

絞り率: 木綿タオル 90～100%、綿メリヤス布 90～100%、アクリルメリヤス布 30～40%

乾燥: 風乾(相対湿度40～50%)

上述の条件で処理した結果を表1に示す。

表 - 1

組成物	試験項目 液の状態	布の種類	柔軟性 注-1)		吸水性 注-2)	
			木綿 タオル	アクリル メリヤス布	綿メリ ヤス布	アクリル メリヤス布
実施例1の組成物	透 明	〇	〇	83%	85%	
" 2 "	"	〇	〇	88%	90%	
比較例1 "	不透明	△	△	68%	70%	
実施例3 "	透 明	〇	△	75%	78%	
" 4 "	"	〇	△	83%	85%	
比較例2 注-3)	"	△	△	70%	72%	
実施例5の組成物	透 明	〇	〇	64%	68%	
" 6 "	やや 不透明	〇	〇	52%	55%	
" 7 "	透 明	〇	〇	81%	83%	
市販家庭用 ソフター(A)	不透明	〇	△	46%	52%	
" (B)	"	〇	△	63%	72%	
" (C)	"	△	〇	75%	55%	
空 試 験	—	×	×	100%	100%	

注-1) 柔軟性の判定はハンドリングによって行い風合の良好なものから、

〇、〇、△、×と4段階にわけ〇を最良とした。

注-2) 処理布を経糸方向20cm、緯糸方向2cmに切断して緯糸方向2cm部分の先端5mmを純水に5分間漬し、布に吸水されて上昇した水の高さを測定した。ただし上表に示した値は、空試験の場合100%とし水の上昇する高さがこれの半分のものを50%とした。

注-3) この組成物は、相当着色しているため商品価値にとばしい。

特 許 出 願 人 ミヨシ油脂株式会社

THIS PAGE BLANK (USPTO)

JP 59-228,074 A

(c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.
004207612

WPI Acc No: 1985-034492/ 198506

Textile softening compsn. with high water solubility - obtd. by reacting carboxylic acid, diamine and organic sulphate, imparting excellent flexibility etc.

Patent Assignee: MIYOSHI YUSHI KK (MIYO)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
-----------	------	------	-------------	------	------	------

JP 59228074	A	19841221	JP 83102487	A	19830608	198506 B
-------------	---	----------	-------------	---	----------	----------

Priority Applications (No Type Date): JP 83102487 A 19830608

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
-----------	------	-----	----	----------	--------------

JP 59228074	A		5		
-------------	---	--	---	--	--

Abstract (Basic): JP 59228074 A

The compsn. consists of a highly water soluble cpd. obtd. by reacting a cpd. of formula R_1COOH (A) with a cpd. of formula $H_2N(CH_2)_lNH(CH_2)_mOH$ (B) and then reacting a cpd. of formula $(CH_3(CH_2)_n)_2SO_4$ (C) with the resultant reaction prod.. (A) and (B) are made to interact in a molar ratio of 1.0 : 0.77 to 1.5 at 140-220 deg.C. for 3 to 15 hours.

In the formulae R_1 is 13-21C alkyl or alkenyl gp.; l is 2 or 3; m is 1 to 3; n is 0 or 1. The fatty acid of formula (A) is e.g. oleic, stearic, behenic, myristic and palmitic acid. the diamine of formula (B) is aminoethyl ethanolamine, aminopropyl propanolamine, aminoethyl methanolamine, aminoethyl propanolamine, etc.. (C) is dimethyl (diethyl) sulphate.

ADVANTAGE - The compsn. has high water solubility or dispersibility and excellent flexibility-imparting and water absorbing properties.

/0

Derwent Class: E16; F06

International Patent Class (Additional): D06M-013/38

THIS PAGE BLANK (USP 10)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☒ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)